

*Analisis Struktur-mikro Lapisan Tipis Nitrida Besi Yang Ternitridasi Pada Permukaan Material Komponen Mesin  
(Sudjatmoko, Wirjoadi, Bambang Siswanto, Suharni, Tjipto Sujitno)*

---

## **ANALISIS STRUKTUR-MIKRO LAPISAN TIPIS NITRIDA BESI YANG TERNITRIDASI PADA PERMUKAAN MATERIAL KOMPONEN MESIN**

**Sudjatmoko, Wirjoadi, Bambang Siswanto, Suharni, Tjipto Sujitno**

*Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan – BATAN*

*Jl. Babarsari Kotak Pos 6101 Ykbb, Yogyakarta 55281*

Diterima 1 Juni 2010; Diterima dalam bentuk perbaikan 21 Juni 2010; Disetujui 22 Juni 2010

### **ABSTRAK**

**ANALISIS STRUKTUR-MIKRO LAPISAN TIPIS NITRIDA BESI YANG TERNITRIDASI PADA PERMUKAAN MATERIAL KOMPONEN MESIN.** Pada penelitian ini telah dilakukan proses nitridasi ion material komponen mesin, yang terdiri dari pena piston dan ring piston. Nitridasi ion dari material komponen mesin tersebut dilakukan untuk beberapa variasi suhu nitridasi, waktu nitridasi dan tekanan gas nitrogen menggunakan lucutan pijar DC. Kekerasan optimum dari cuplikan pena piston diperoleh pada suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar, dan nilai kekerasannya meningkat sekitar enam kali terhadap cuplikan yang tidak ternitridasi; sedangkan kekerasan cuplikan cincin piston meningkat sekitar 2,6 kalinya pada kondisi suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,2 mbar. Untuk mengamati struktur-mikro dan komposisi unsur dari lapisan tipis nitrida besi yang terbentuk pada permukaan cuplikan digunakan SEM-EDAX, dan struktur fase lapisan nitrida besi dilakukan dengan menggunakan XRD. Berdasarkan hasil pengamatan diketahui bahwa lapisan senyawa yang terbentuk pada permukaan cuplikan mempunyai kandungan unsur nitrogen yang berbeda dan membentuk struktur fase  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ ,  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  dan  $\zeta\text{-Fe}_2\text{N}$  yang mempunyai sifat mekanik sangat baik.

*Kata kunci: struktur-mikro, lapisan tipis nitrida besi, komponen mesin, nitridasi ion.*

### **ABSTRACT**

**MICROSTRUCTURE ANALYSIS OF THE IRON NITRIDE THIN FILMS NITRIDED ON THE SURFACE OF MACHINERY COMPONENT MATERIALS.** On this study the ion nitriding process of the machinery component materials, which consist of the piston pen and the piston rings, have been conducted. Ion nitriding of the machinery component materials was performed for some variation of nitriding temperature, nitriding time and pressure of nitrogen gas using DC glow discharge. The optimum hardness of the piston pen samples was obtained at the nitriding temperature of 100 °C, the nitriding time of 3 hours and the nitrogen gas pressure of 1.6 mbar, and the hardness value increased approximately six times compared with the non nitrided samples; while the hardness value of the piston ring was increase approximately 2.6 time at the temperature nitriding of 100 °C, the nitriding time of 3 hours and the nitrogen gas pressure of 1.2 mbar. To observe the micro-structure and elemental composition of iron nitride thin films formed on the surface of the samples was used SEM-EDAX, and the phase structure of iron nitride thin films was observed by using XRD. Based on the observations was known that a compound layer formed on the surface of samples containing different nitrogen and form the phase structure of  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ ,  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  and  $\zeta\text{-Fe}_2\text{N}$  that have a very good mechanical properties.

*Key-words: microstructure, iron nitride thin films, machinery component, ion nitriding.*

### **PENDAHULUAN**

Pengerasan permukaan komponen-komponen material adalah suatu kebutuhan yang sangat penting dan banyak digunakan dalam berbagai macam jenis industri, mulai dari pembuatan perkakas dasar hingga berbagai macam komponen mesin <sup>(1,2)</sup>. Dalam industri otomotif, komponen-komponen mesin yang paling utama untuk dilakukan proses perlakuan permukaan (*surface treatment*) untuk meningkatkan ketahanan aus (*wear resistance*) dan kinerja kelelahan (*fatigue performance*) yang lebih baik adalah komponen-komponen mesin dan bagian-bagian yang bergerak dan saling bergesekan satu dengan lainnya. Oleh karena itu, perlindungan atau proteksi permukaan material komponen mesin terhadap lingkungan suhu tinggi dan korosif serta kondisi operasi

yang berat merupakan kebutuhan teknis dan ekonomi yang sangat besar, karena sifat permukaan material akan menentukan kinerja komponen mesin. Perlindungan permukaan material tersebut diperlukan untuk meminimalkan efek seperti gesekan, keausan, erosi, korosi, oksidasi suhu tinggi dan kelelahan. Teknik modifikasi permukaan menggunakan plasma menawarkan fleksibilitas yang besar dan yang mampu menyesuaikan sifat-sifat kimia dan struktur permukaan yang diinginkan dan tidak tergantung pada sifat dasarnya.

Berbagai teknik perlakuan permukaan (*surface treatment techniques*) telah dikembangkan untuk menghasilkan permukaan material dengan sifat lebih keras, lebih tahan terhadap keausan dan korosi. Berbasis pada modifikasi permukaan material yang dibangkitkan dari plasma dan interaksinya, teknik deposisi plasma (*the plasma deposition techniques*) secara luas dapat diklasifikasikan sebagai deposisi lapisan tipis yang berbeda-beda: sputtering (DC, RF, magnetron dan reaktif); *ion plating* (dioda, triode dan reaktif); dan modifikasi sifat-sifat permukaan material tanpa membentuk lapisan diskrit: teknik berkas ion (implantasi ion, pencampuran berkas ion dan pemrosesan berkas laser) dan proses termokimia plasma (nitridasi ion, karburasi ion dan oksidasi plasma) <sup>(3-10)</sup>. Dari berbagai teknik tersebut, nitridasi ion atau juga disebut nitridasi plasma adalah salah satu perlakuan permukaan yang paling sering dijumpai karena biaya operasi relatif rendah, kesederhanaan proses, dan kemampuan yang sangat signifikan untuk meningkatkan kekerasan permukaan bersama dengan perbaikan sifat ketahanan terhadap korosi dan keausan; tanpa merubah struktur atau menimbulkan distorsi pada material dasarnya <sup>(11-13)</sup>.

Pada umumnya terdapat tiga jenis proses nitridasi, yaitu nitridasi cair (*salt baths*), nitridasi gas (*dissociated ammonia*) dan nitridasi ion. Dari ketiga jenis proses nitridasi tersebut, nitridasi ion menunjukkan sejumlah keunggulan proses, antara lain termasuk pengendalian secara tepat fase lapisan permukaan yang ternitridasi, konsumsi energi dan gas yang relatif rendah, tidak menimbulkan pencemaran lingkungan, dan perlakuan suhu nitridasi serta waktu nitridasi yang lebih rendah. Nitridasi ion adalah metode pengerasan permukaan dengan menggunakan teknologi lucutan pijar (*glow discharge technology*) untuk memasukkan unsur nitrogen ke permukaan dan selanjutnya terjadi proses difusi ke dalam material. Proses ini dilakukan dalam vakum dan beroperasi pada tegangan tinggi, ion-ion yang terbentuk dalam plasma kemudian dipercepat untuk menumbuk permukaan pada benda-kerja. Proses tumbukan ion tersebut memanaskan benda kerja dan membersihkan permukaan memberikan nitrogen aktif di bawah pengaruh lucutan pijar untuk membentuk lapisan nitrida. Proses nitridasi ion tersebut dapat dilakukan pada suhu cukup rendah 350 °C karena aktivasi plasma, dan proses ini tidak terjadi dalam proses nitridasi gas <sup>(11)</sup>.

Keuntungan dari nitridasi ion adalah kemampuan untuk membentuk lapisan fase-tunggal yang tidak mudah pecah daripada lapisan fase-banyak yang biasanya terbentuk pada proses nitridasi cair dan nitridasi gas. Selain itu, juga memungkinkan untuk mencegah terbentuknya lapisan senyawa (*compound layer*), oleh karena itu hanya menghasilkan daerah atau lapisan difusi yang memiliki adhesi substrat yang lebih besar. Proses nitridasi ion menghasilkan dua jenis lapisan, yaitu lapisan senyawa (lapisan putih) yang sangat tipis dan rapat, dan daerah difusi (*diffusion zone*) di bawah lapisan senyawa. Struktur dan ketebalan dua jenis lapisan tersebut dapat divariasikan sesuai dengan parameter proses, yaitu suhu dan waktu nitridasi, serta tekanan gas nitrogen <sup>(11,14)</sup>. Lapisan senyawa yang dihasilkan dapat berbeda strukturnya, yaitu struktur fase- $\gamma$  Fe<sub>4</sub>N fase-tunggal atau struktur fase- $\epsilon$  Fe<sub>2,3</sub>N fase-tunggal, atau lapisan nitrida dari unsur-unsur paduan yang terkandung dalam baja. Daerah difusi terletak di bawah lapisan senyawa merupakan daerah kaya nitrogen yang mengandung endapan nitrida krom.

Dalam makalah ini telah dilakukan proses nitridasi ion untuk komponen mesin, yaitu pena dan ring piston kendaraan bermotor untuk meningkatkan kekerasannya sehingga lebih tahan terhadap keausan. Nilai kekerasan komponen mesin setelah proses nitridasi ion ditentukan menggunakan *microhardness tester*, struktur-mikro dari lapisan nitrida yang terbentuk dan komposisi atau konsentrasi unsur nitrogen, serta tebal lapisan senyawa pada permukaan komponen mesin diamati menggunakan SEM-EDAX; sedangkan struktur fase nitrida besi yang terbentuk ditentukan dengan menggunakan XRD.

## METODOLOGI

Dalam penelitian ini dilakukan beberapa tahapan proses yang meliputi preparasi cuplikan sebagai benda kerja, persiapan peralatan untuk penelitian, proses nitridasi ion dan karakterisasi cuplikan hasil nitridasi ion. Karakterisasi cuplikan terdiri dari penentuan nilai kekerasan permukaan cuplikan menggunakan *microhardness tester*, dan karakterisasi sifat mikro permukaan dan komposisi unsur dari cuplikan dilakukan dengan menggunakan peralatan SEM-EDAX; sedangkan struktur fase nitrida besi yang terbentuk pada permukaan cuplikan ditentukan dengan menggunakan XRD.

### **Preparasi Cuplikan**

Pada penelitian ini, bahan yang digunakan sebagai cuplikan adalah komponen mesin yang berupa pena dan cincin piston kendaraan bermotor. Ukuran pena piston, diameter dalam 7 mm, diameter luar 12 mm dan panjang 40 mm; sedangkan ring piston, diameter dalam 45 mm, diameter luar 49 mm dan tebal 2 mm. Permukaan cuplikan tersebut dihaluskan menggunakan kertas ampelas, selanjutnya dipoles menggunakan pasta intan dan digosok dengan kain beludru sampai dihasilkan permukaan yang halus dan mengkilap. Untuk menghilangkan kotoran pada permukaan cuplikan dilakukan pencucian menggunakan alkohol dan kemudian dimasukkan ke dalam pembersih ultrasonik.

### **Proses Nitridasi Ion**

Peralatan nitridasi ion yang digunakan adalah jenis lucutan pijar DC (*DC glow discharge*) yang terdiri dari bejana lucutan terbuat dari logam bertekanan 0,5 – 10 Torr, sistem masukan gas nitrogen, sistem tegangan tinggi DC 300 – 1.200 volt dan dilengkapi regulator suhu. Lucutan dioperasikan dalam daerah lucutan pijar abnormal, di mana akan diperoleh arus yang tinggi dan menghasilkan rapat daya besar, hal ini diperlukan untuk mendapatkan laju pertumbuhan lapisan nitrida yang cepat. Kenaikan suhu dalam benda-kerja dapat diukur dengan menggunakan termokopel, dan suhu nitridasi dijaga konstan dengan mengatur keluaran sumber daya.

Dalam proses nitridasi ion dari cuplikan dilakukan beberapa variasi parameter proses, yaitu tekanan gas nitrogen, waktu proses dan suhu nitridasi ion. Tekanan gas nitrogen divariasi dari 1,0; 1,2; 1,4 dan 1,6 Torr, waktu proses nitridasi masing-masing adalah 1 jam, 2 jam dan 3 jam; dan suhu nitridasi divariasi dari 100, 150 dan 200 °C. Variasi parameter proses tersebut dilakukan terutama untuk mendapatkan sifat kekerasan atau ketahanan aus yang optimum.

### **Uji Kekerasan dan Analisis Struktur Mikro**

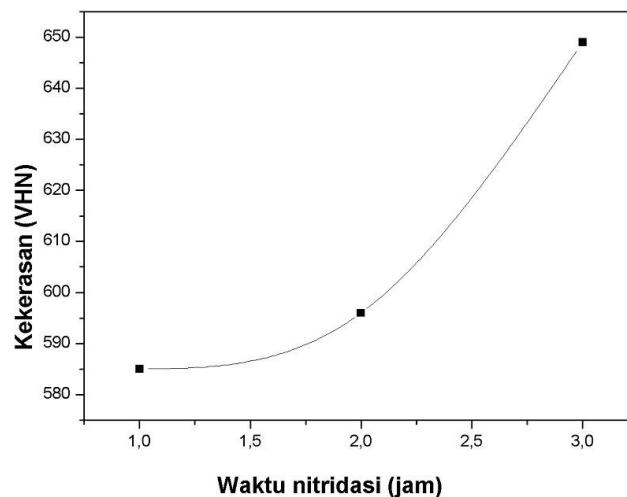
Nitrida besi mempunyai sifat unik yang stabil secara kimia dan secara termal, dan memiliki sifat konduktor listrik dan termal yang baik serta sangat keras. Sifat keras dari suatu material dapat didefinisikan sebagai ketahanan bahan terhadap deformasi plastis, sedangkan angka kekerasannya didefinisikan sebagai beban terpasang ( $gf = \text{gram force}$ ) dibagi dengan luas permukaan jejak ( $\text{mm}^2$ ). Pengujian kekerasan lapisan tipis nitrida besi hasil nitridasi ion dilakukan menggunakan *microhardness tester*. Pengamatan perubahan kekerasan dilakukan dengan mengukur kekerasan cuplikan pada tiga tempat permukaan cuplikan dengan beban penetrasi 10 gf.

Untuk mengetahui struktur mikro dan komposisi unsur permukaan cuplikan dilakukan analisis dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan EDAX (*Energy Dispersive Analysis X-Ray*). Peralatan SEM ini menggunakan hamburan balik dan pantulan sekunder dari berkas elektron setelah berkas elektron berinteraksi dengan materi. Hasil interaksi tersebut berupa pantulan elektron-elektron sekunder, elektron-elektron yang terhambur dan radiasi sinar-X karakteristik akan memberikan informasi mengenai keadaan cuplikan seperti bentuk permukaan (topografi) dan komposisi kimia yang terkandung dalam cuplikan. Radiasi sinar-X karakteristik yang dipancarkan oleh cuplikan dapat memberikan informasi secara kualitatif dan kuantitatif tentang komposisi kimia dari cuplikan pada daerah yang sangat kecil. Sedangkan struktur fase yang terbentuk dalam lapisan ternitridasi dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD).

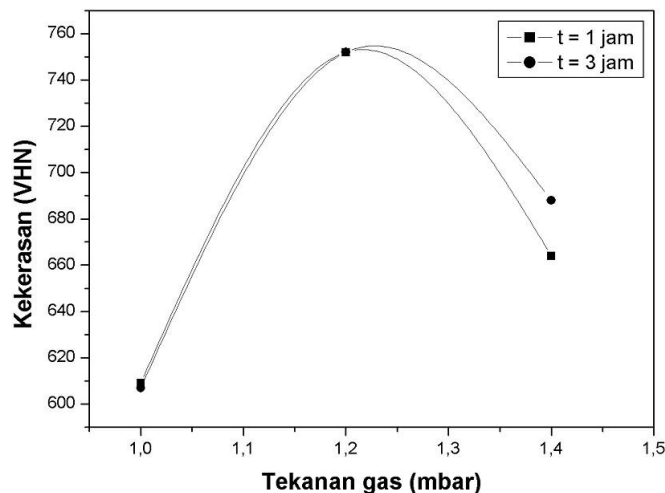
### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Hasil pengukuran nilai kekerasan menggunakan *microhardness tester* dari cuplikan pena piston dan cincin piston masing-masing ditampilkan dalam Gambar 1 dan 2. Berdasarkan hasil eksperimen variasi parameter nitridasi ion diperoleh bahwa nilai kekerasan optimum dari cuplikan pena piston terjadi pada suhu nitridasi 100 °C dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar. Pada variasi waktu nitridasi 1 jam, 2 jam dan 3 jam untuk

nilai optimum dari suhu nitridasi 100 °C dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar tersebut diperoleh nilai kekerasan optimum 650 VHN terjadi pada waktu nitridasi 3 jam, seperti ditampilkan pada Gambar 1. Jika dibanding dengan cuplikan pena piston yang belum dinitridasi diperoleh peningkatan kekerasan yang sangat besar, yaitu sekitar enam kalinya. Pada waktu nitridasi ion selama 1 jam nilai kekerasannya masih relatif rendah, karena kemungkinan terbentuknya lapisan senyawa yang masih kecil; tetapi dengan bertambahnya waktu nitridasi akan memperbesar lapisan senyawa dan mencapai optimum pada waktu nitridasi 3 jam. Lapisan senyawa yang terbentuk bergantung pada kandungan nitrogen dalam plasma, dan ketebalannya bergantung pada suhu dan waktu nitridasi. Lapisan senyawa yang merupakan nitrida besi mempunyai sifat yang sangat keras, sehingga mempunyai ketahanan aus yang sangat baik.



**Gambar 1.** Grafik kekerasan pena piston sebagai fungsi waktu nitridasi pada suhu nitridasi optimum 100 °C dan tekanan gas nitrogen optimum 1,6 mbar

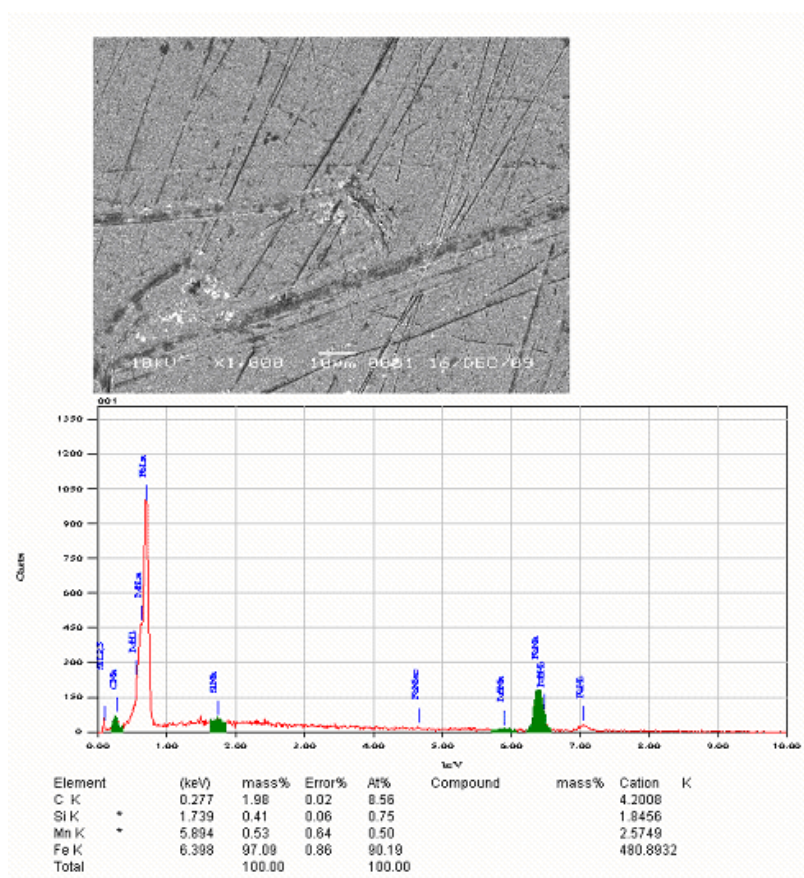


**Gambar 2.** Grafik kekerasan cincin piston sebagai fungsi tekanan gas nitrogen untuk waktu nitridasi 1 dan 3 jam, pada suhu optimum 100 °C.

Gambar 2 menampilkan hasil karakterisasi kekerasan cuplikan cincin piston setelah proses nitridasi ion sebagai fungsi tekanan gas nitrogen untuk waktu nitridasi 1 dan 3 jam pada suhu optimum 100 °C. Berdasarkan gambar grafik tersebut diperoleh bahwa nilai kekerasan optimum dari cuplikan cincin piston setelah proses nitridasi ion adalah 750 VHN pada tekanan gas nitrogen 1,2 mbar dan waktu nitridasi 3 jam. Nilai kekerasan ini

meningkat sebesar 160% terhadap cuplikan sebelum proses nitridasi ion. Pada tekanan gas nitrogen 1,0 mbar, nilai kekerasan cuplikan masih rendah dan meningkat dengan bertambahnya tekanan gas nitrogen, kemudian menurun dengan bertambahnya tekanan gas nitrogen. Hal ini terjadi karena lapisan senyawa yang terbentuk bergantung pada kandungan nitrogen dalam plasma dan kandungan nitrogen tersebut ditentukan oleh tekanan gas nitrogen. Pada tekanan yang bertambah besar terjadi penurunan nilai kekerasan, hal ini mungkin disebabkan karena jangkauan kelarutan nitrogen yang kecil dalam fase nitrida besi yang terbentuk dalam lapisan senyawa.

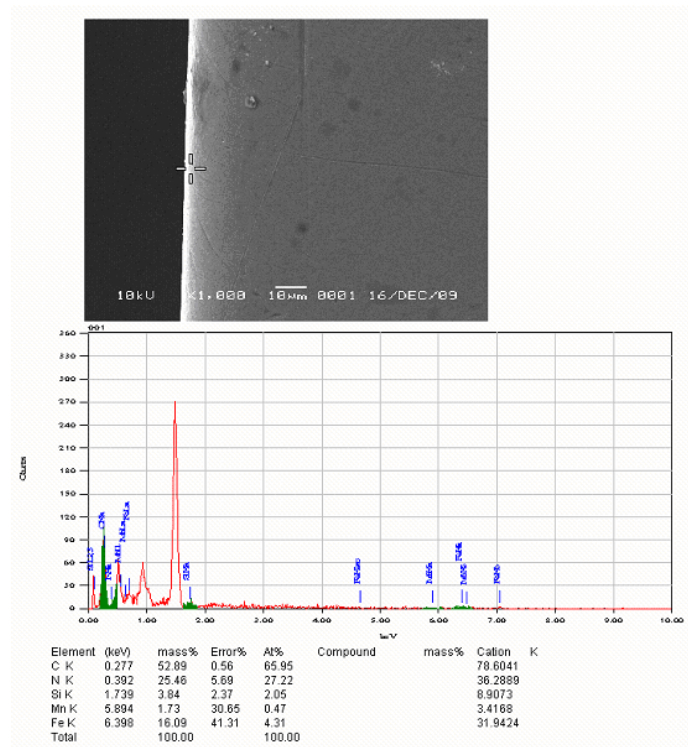
Gambar 3 menampilkan mikrograf SEM-EDAX dari cuplikan pena piston standar, yaitu cuplikan sebelum mengalami proses nitridasi ion, terlihat bahwa komposisi unsurnya belum mengandung nitrogen. Pada Gambar 4, 5 dan 6 ditampilkan mikrograf SEM-EDAX dari cuplikan pena piston setelah mengalami proses nitridasi ion untuk variasi waktu nitridasi ion pada suhu nitridasi 100 °C dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar.



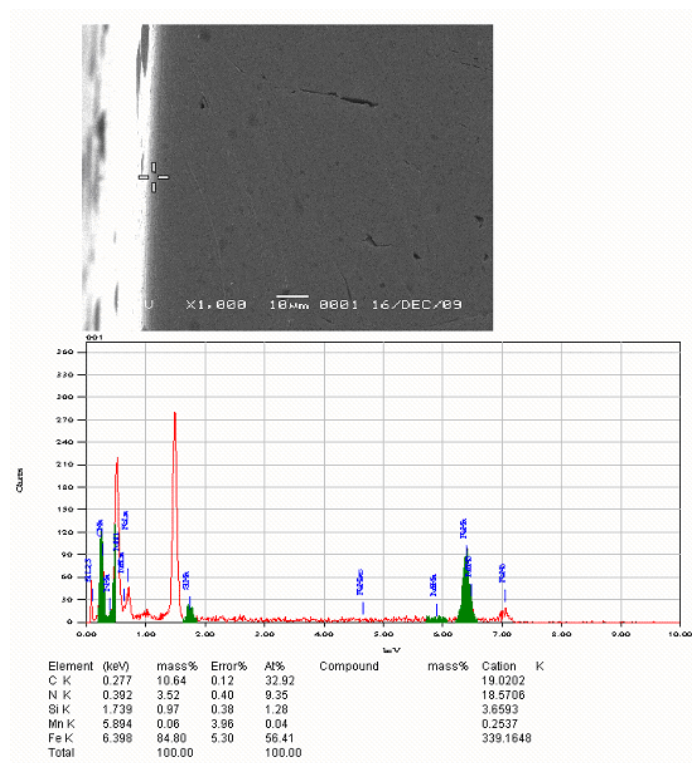
**Gambar 3.** Mikrograf SEM-EDAX cuplikan pena piston standar.

Ketebalan lapisan senyawa pada permukaan cuplikan selain ditentukan oleh suhu nitridasi juga bergantung pada waktu nitridasi ion. Gambar 4 menampilkan mikrograf SEM-EDAX dari tampang-lintang cuplikan pena piston yang ternitridasi ion untuk waktu nitridasi 2 jam, pada suhu optimum 100 °C dan tekanan gas nitrogen optimum 1,6 mbar. Berdasarkan Gambar 4 tersebut dapat dilihat bahwa lapisan senyawa yang juga disebut dengan lapisan putih (karena warnanya putih) terbentuk pada permukaan cuplikan dengan ketebalan sekitar 2,1 µm, mengandung unsur nitrogen sekitar 27,2% atom. Pada Gambar 5 untuk waktu nitridasi 3 jam diperoleh ketebalan lapisan senyawa sekitar 2,3 µm; pada daerah di bawah lapisan senyawa diperoleh kandungan unsur nitrogen sebesar 9,35% atom, sehingga diperkirakan bahwa pada lapisan senyawa mengandung unsur nitrogen di atas 30,0% atom; sedangkan untuk waktu nitridasi 4 jam seperti yang ditampilkan pada Gambar 6, tebal lapisan senyawa menjadi sekitar 2,5 µm dengan kandungan unsur nitrogen sebesar 39,90% atom. Ketebalan lapisan senyawa tersebut bertambah dengan meningkatnya waktu nitridasi, tetapi pada

waktu nitridasi dan juga suhu nitridasi tertentu ketebalannya akan relatif tetap, hal ini mungkin disebabkan oleh jangkauan kelarutan nitrogen yang kecil dalam fase nitrida besi yang terbentuk dalam lapisan senyawa.

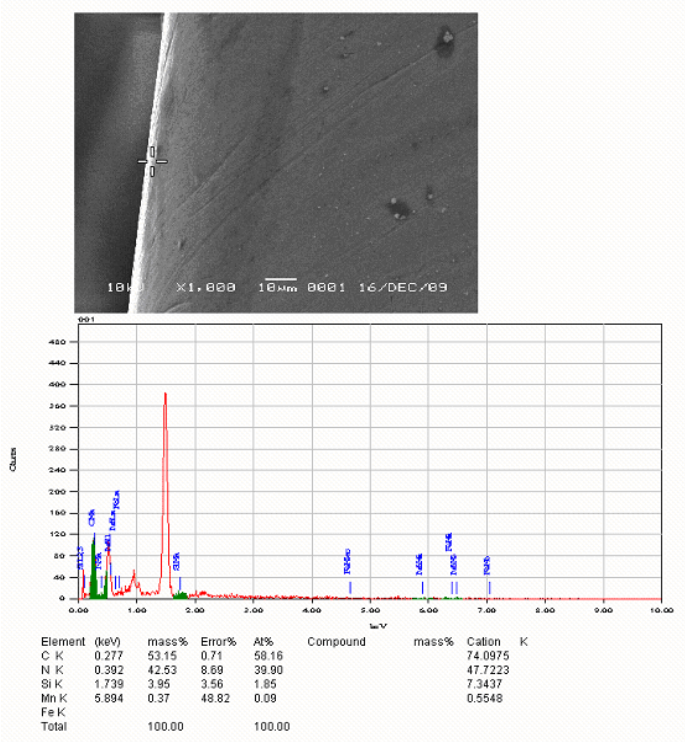


**Gambar 4.** Mikrograf SEM-EDAX dari tampang-lintang pena piston pada proses nitridasi ion: waktu nitridasi 2 jam, suhu nitridasi 100 °C dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar.

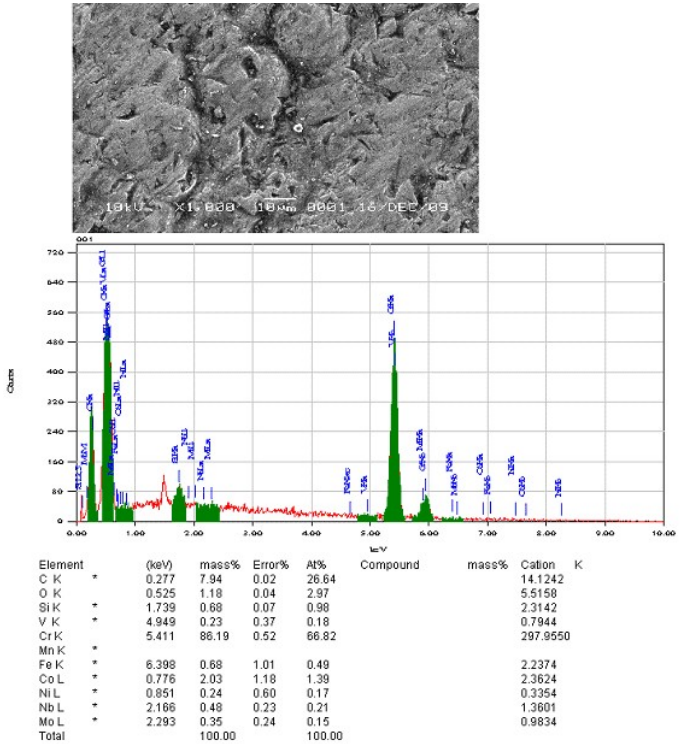




**Gambar 5.** Mikrograf SEM-EDAX dari tampang-lintang pena piston pada proses nitridasi ion: waktu nitridasi 3 jam, suhu nitridasi 100 °C dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar.



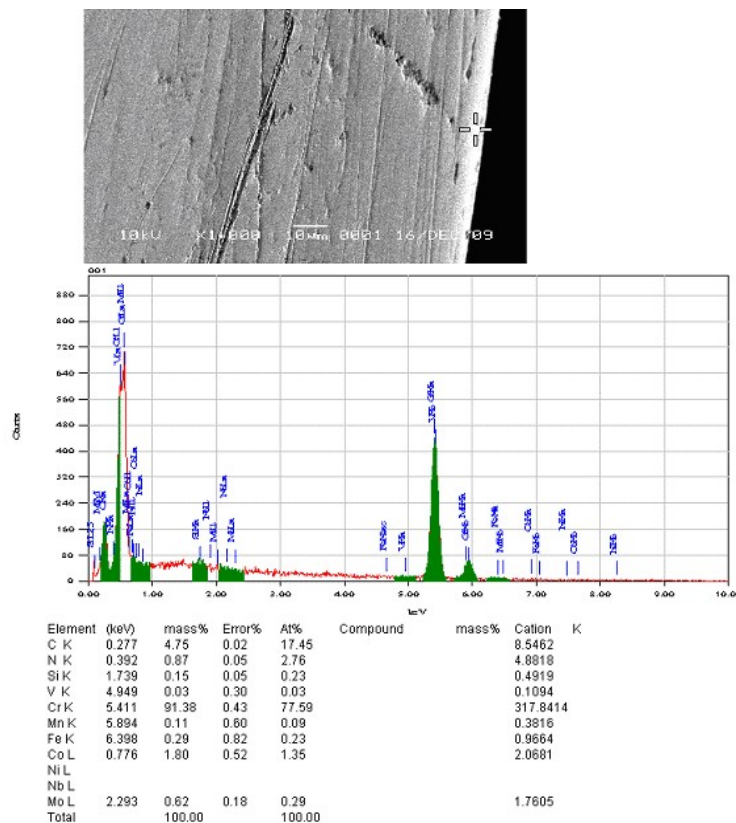
**Gambar 6.** Mikrograf SEM-EDAX dari tampang-lintang pena piston pada proses nitridasi ion: waktu nitridasi 4 jam, suhu nitridasi 100 °C dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar.



**Gambar 7.** Mikrograf SEM-EDAX dari cuplikan cincin piston standar.

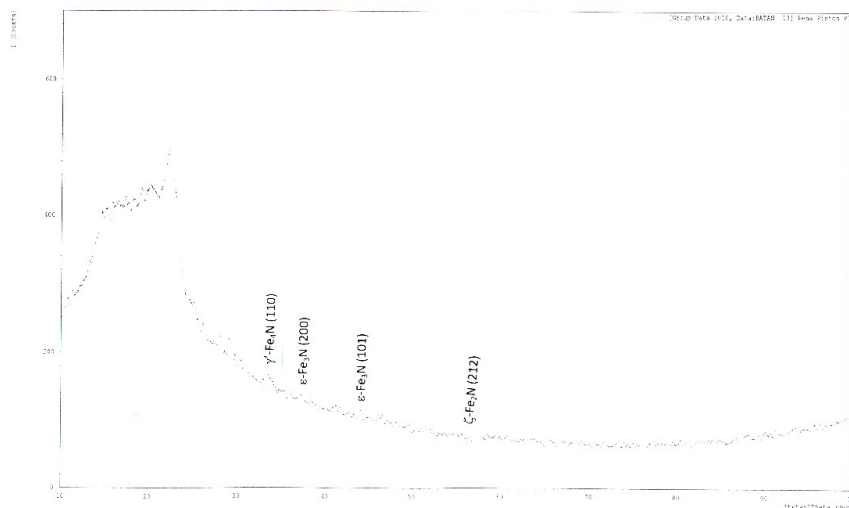
Selain cuplikan pena piston, pada penelitian ini juga diamati struktur mikro dari cuplikan cincin piston hasil proses nitridasi ion untuk variasi waktu nitridasi dan tekanan gas nitrogen pada suhu nitridasi optimum 100 °C. Berdasarkan hasil proses nitridasi ion tersebut diperoleh bahwa nilai kekerasan optimum diperoleh pada suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,2 mbar. Pada Gambar 7 ditampilkan mikrograf SEM-EDAX cuplikan cincin piston sebelum mengalami proses nitridasi ion, sedangkan pada Gambar 8 ditampilkan mikrograf SEM-EDAX dari tampang-lintang cuplikan cincin piston setelah proses nitridasi ion pada kondisi optimum, yaitu suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,2 mbar. Seperti pada cuplikan pena piston, pada Gambar 7 ditampilkan bahwa pada permukaan cuplikan cincin piston standar tidak ditemukan kandungan unsur nitrogen, tetapi setelah proses nitridasi terbentuk lapisan senyawa pada permukaan cuplikan yang bersifat sangat keras dengan ketebalan sekitar 3,7  $\mu\text{m}$ .

Dalam proses nitridasi ion, bergantung pada kandungan nitrogen maka pada lapisan senyawa dapat terbentuk fase nitrida besi dengan struktur dan sifat yang berbeda-beda. Salah satu fase tersebut adalah struktur fase  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N atau struktur fase  $\varepsilon$ -Fe<sub>3</sub>N, atau juga struktur fase  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N. Sebagaimana dalam diagram fase Fe-N, struktur fase  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N yang memiliki struktur *face centered cubic (fcc)* memiliki rentang komposisi yang sempit sekitar 20% atom N. Dengan meningkatnya kandungan nitrogen dapat mengubah lagi struktur fase nitrida besi. Untuk komposisi nitrogen berkisar antara 25% atom N hingga 33% atom N, terbentuk fase  $\varepsilon$ -Fe<sub>3</sub>N, yang memiliki struktur *hexagonal close-packed (hcp)*; sedangkan pada fase  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N memiliki struktur ortorombik sebagai akibat dari penataan atom N pada letak oktahedral<sup>(15)</sup>. Dalam penelitian ini dilakukan pengamatan struktur fase dari nitrida besi yang terbentuk pada permukaan cuplikan menggunakan teknik XRD, dan hasil pengamatan ditampilkan pada Gambar 9 dan 10.

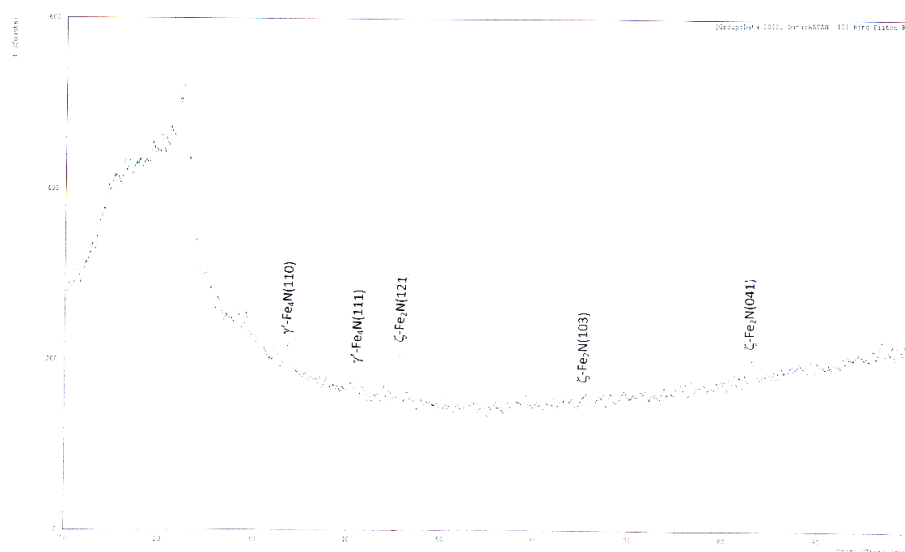
**Gambar 8.** Mikrograf SEM-EDAX dari tampang-lintang cuplikan cincin piston hasil nitridasi ion untuk waktu nitridasi 3 jam, suhu nitridasi 100 °C dan tekanan gas nitrogen 1,2 mbar.



Pada Gambar 9 ditampilkan difraktogram atau pola difraksi sinar-X hasil XRD untuk cuplikan pena piston setelah proses nitridasi ion pada suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar.



**Gambar 9.** Pola difraksi sinar-X hasil XRD dari lapisan nitrida besi yang terbentuk pada permukaan cuplikan pena piston setelah proses nitridasi pada suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar.



**Gambar 10.** Pola difraksi sinar-X hasil XRD dari lapisan nitrida besi yang terbentuk pada permukaan cuplikan ring piston setelah proses nitridasi pada suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,2 mbar.

Berdasarkan informasi sudut hamburan, intensitas dan jarak antar-bidang, setelah dicocokkan dengan data JCPDS (*Joint Committee Powder on Diffraction Standards*), pola difraksi dari lapisan nitrida besi menghasilkan puncak-puncak  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}(110)$ ,  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}(200)$ ,  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}(101)$  dan  $\zeta\text{-Fe}_2\text{N}(212)$  masing-masing dengan jarak antar-bidang 2,66472 Å, 2,51573 Å, 2,05807 Å dan 1,62956 Å, pada sudut difraksi ( $2\theta$ ) 33,605°, 35,660°, 43,960° dan 56,420°. Lapisan senyawa nitrida besi yang terbentuk pada permukaan pena piston dengan struktur fase tersebut mempunyai sifat mekanik sangat baik, yaitu sangat keras sehingga tahan terhadap keausan.

Gambar 10 menampilkan pola difraksi sinar-X hasil XRD dari lapisan nitrida besi yang terbentuk pada permukaan ring piston setelah proses nitridasi ion pada suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan

gas nitrogen 1,2 mbar. Seperti dapat dilihat bahwa lapisan nitrida besi yang terbentuk terdiri dari puncak-puncak  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N(110),  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N(111),  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N(121),  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N(103) dan  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N(041), masing-masing dengan jarak antar-bidang 2,65998 Å, 2,19341 Å, 1,98491 Å, 1,41776 Å dan 1,16050 Å, pada sudut difraksi (2 $\theta$ ) 33,666°, 41,120°, 45,670°, 65,820° dan 83,175°. Struktur fase yang terbentuk dalam lapisan nitrida besi tersebut bersifat sangat keras, dan hasil ini sesuai dengan hasil pengukuran nilai kekerasan cuplikan.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan tersebut di atas dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut.

- Komponen mesin yang terdiri dari pena piston dan cincin piston setelah mengalami proses nitridasi ion, pada permukaannya terbentuk lapisan senyawa atau lapisan putih yang mempunyai sifat sangat keras. Dengan menggunakan *microhardness tester* dapat ditentukan nilai kekerasannya, untuk cuplikan pena piston diperoleh nilai kekerasan optimum pada suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,6 mbar, yang kekerasannya meningkat sekitar enam kali dibandingkan terhadap kekerasan cuplikan yang tidak mengalami nitridasi ion. Sedangkan untuk cuplikan ring piston, nilai kekerasan optimum diperoleh pada suhu nitridasi 100 °C, waktu nitridasi 3 jam dan tekanan gas nitrogen 1,2 mbar; jika dibandingkan dengan nilai kekerasan cuplikan yang tidak dinitridasi ion diperoleh peningkatan sekitar 2,6 kalinya.
- Ketebalan lapisan senyawa atau lapisan putih yang terbentuk pada permukaan komponen mesin, terutama pada permukaan pena piston, meningkat semakin tebal dengan bertambahnya waktu nitridasi. Akan tetapi ketebalan tersebut tidak akan bertambah lagi untuk waktu nitridasi yang panjang, hal ini kemungkinan diakibatkan oleh rentang kelarutan nitrogen yang kecil dalam fase nitrida besi. Bergantung pada kandungan nitrogen maka pada lapisan senyawa dapat terbentuk fase nitrida besi dengan struktur yang berbeda-beda. Berdasarkan pengamatan menggunakan teknik XRD diketahui bahwa dalam lapisan nitrida besi terbentuk beberapa struktur fase  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N,  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N dan  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N. Lapisan senyawa fase  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N mempunyai sifat mekanik sangat baik, yaitu sangat keras sehingga mempunyai ketahanan aus yang sangat baik; sedangkan struktur fase lainnya mempunyai ketahanan terhadap keausan dan korosi yang baik.

## DAFTAR PUSTAKA

1. A.M. DE OLIVEIRA, R.M. MUNOZ RIOFANO, L.C. CASTELETTI, G.F. TREMILIOSI, and C.A.S. BENTO, "Effect of the Temperature of Plasma Nitriding in AISI 316L Austenitic Stainless Steel", *Revista Brasileira de Aplicacoes de Vacuo*, Vol. 22, No. 2, (2003) 63-66
2. S. BRUCE, V. CHEETHAM, and F. MERIEUX, "Mechanical Vacuum Pump Selection Considerations for Low Pressure Nitriding, Plasma Nitriding and Nitro-Carburising", BOC Edwards, Crawley, UK, (2000).
3. S.H.KIM, H. PARK, K.H. LEE, S.H. JEE, D.J. KIM, Y.S. YOON, and H.B. CHAE, "Structure and mechanical properties of titanium nitride thin films grown by reactive pulsed laser deposition", *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 10, No. 1, (2009) 49-53
4. H.C. BARSHILIA and K.S. RAJAM, "Performance evaluation of reactive direct current unbalanced magnetron sputter deposited nanostructured TiN coated high-speed steel drill bits", *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 30, No. 6, (2007) 607-614
5. C.N. KIRCHNER, K.H. HALLMEIER, R. SZARGAN, T. RASCHKE, C. RADEHAUS and G. WITTSTOCK, "Evaluation of Thin Film Titanium Nitride Electrodes for Electroanalytical Applications", *Electroanalysis* 19, No. 10, (2007) 1023-1031
6. Y.T. XI, D.X. LIU, D. HAN, "Improvement of Mechanical Properties of Martensitic Stainless steel by Plasma Nitriding at Low Temperature", *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)* Vol. 21, No. 1, (2008) 21-29
7. M. GHORANNEVISS, A. SHOKOUHY, M.M. LARIJANI, S.H. HAJI HOSSEINI, M. YARI, A. ANVARI, M.G. SHAHRAKI, A.H. SARI and M.R. HANTEHZADEH, "Corrosion behavior of low energy, high temperature nitrogen ion-implanted AISI 304 stainless steel", *Pramana Journal of Physics*, Vol. 68, No. 1, (2007) 135-140
8. M. GHORANNEVISS, A. SHOKOUHY, S.H. HAJI HOSSEINI, A.H. SARI, and M.R. HANTEHZADEH, "Surface modification of AISI 304 stainless steel using nitrogen ion implantation", XXVII ICPIG, Eindhoven, the Netherlands, Topic Number 19, (2009) 1-4

9. T. CHRISTIANSEN and M.A.J. SOMERS, "Characterisation of low temperature surface hardened stainless steel", *Journal of Materialography* 9, (2006) 1-17
10. J. CWIEK, "Plasma nitriding as a prevention method against hydrogen degradation of steel", *Journal of Achievement in Materials and Manufacturing Engineering*, Volume 36, Issue 1, (2009) 25-32
11. F.A.P. FERNANDES, A.L. NETO, L.C. CASTELETTI, A.M. de OLIVEIRA, and G.E. TOTTEN, "Stainless steel property improvement by ion nitriding and nitrocarburizing", *Heat Treating Progress*, (2008) 41-43
12. R.R.M. de SOUSA, F.O. de ARAUJO, K.J.B. RIBEIRO, J.A.P. da COSTA and C. ALVES Jr., "Austenitic stainless steel AISI 316 plasma nitride by cathodic cage technique", *Revista Brasileira de Aplicacoes de Vacuo*, Vol. 26, No. 3, (2007) 157-160
13. SUDJATMOKO, T. SUJITNO, WIRJOADI, B. SISWANTO, "Analisis sifat mikro material nitride besi hasil proses nitridasi ion", *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Teknolgi Akselerator dan Aplikasinya*, ISSN 1411-1349, Volume 11, (2009) 123-131
14. G.P. SINGH, A. JOSEPH, P.M. RAOLE, P.K. BARHAI and S. MUKHERJEE, "Phase formation in selected surface-roughened plasma-nitrided 304 austenite stainless steel", *Sci. Technol. Adv. Mater.* 9 (2008) 1-5
15. J. DARBELLAY, "Gas Nitriding: An Industrial Perspective", *Department of Materials Science and Engineering, McMaster University, MSE 701 Seminar*, March 22 (2006) 1-32